

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-033301

(43)Date of publication of application : 04.02.1992

(51)Int.Cl.

H01F 1/37
C04B 35/26

(21)Application number : 02-141088

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 29.05.1990

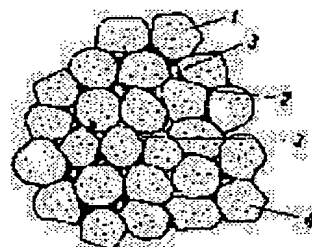
(72)Inventor : OOBA MICHIHISA
HARADA SHINJI
KAWAMATA HAJIME
INUZUKA ATSUSHI

(54) FORMATION OF FERRITE MAGNETIC SUBSTANCE

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture a ferrite magnetic substance of extremely low contraction coefficient at a low cost which hardly contracts from its molded dimension and has good magnetic properties by melting resin or lubricant mixed during formation or a mixture of resin and lubricant to liquid state when heated and by interposing it among ferrite magnetic powders.

CONSTITUTION: High crystalline ferrite magnetic powder 1 is pound by a glass material 2 which is softened and molten at a sintering temperature of the powder 1 or below. Concretely, the powder 1 and glass powder and resin, or resin and lubricant, or lubricant are kneaded well; and after the mixture is formed by applying a pressure while heating, the molding is heated, a resin part and a lubricant part thereof are volatilized by heat decomposition, and glass powder included among the powder 1 is softened and molten.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A) 平4-33301

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)2月4日

H 01 F 1/37
C 04 B 35/26B 7371-5E
8924-4G

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全9頁)

⑭ 発明の名称 フェライト磁性体の製造方法

⑮ 特 願 平2-141088

⑯ 出 願 平2(1990)5月29日

⑰ 発 明 者	大 庭 美 智 央	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発 明 者	原 田 真 二	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発 明 者	川 又 肇	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 発 明 者	犬 塚 敦	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑰ 出 願 人	松下電器産業株式会社	大阪府門真市大字門真1006番地	
⑰ 代 理 人	弁理士 栗野 重孝	外1名	

明 細 書

1、発明の名称

フェライト磁性体の製造方法

2、特許請求の範囲

(1) 高温焼成で十分にフェライト化が進んだ高結晶性フェライト磁性粉末とこの焼成温度より低い軟化点をもつガラス粉末とさらに樹脂との混合物を、加熱かつ加圧成形しながら磁性粉末間に介在する樹脂を軟化熔融させて高結晶性フェライト磁性粉末とガラス粉末とを樹脂で結着して成形品を作成した後、このガラス粉末の軟化温度以上でかつ上記高結晶性フェライト磁性粉末の焼成温度以下の温度範囲でこの成形品を加熱処理し、樹脂分を脱脂して高結晶性フェライト磁性粉末をガラス材で結着してなるフェライト磁性体の製造方法。

(2) 高温焼成で十分にフェライト化が進んだ高結晶性フェライト磁性粉末とこの焼成温度より低い軟化点をもつガラス粉末と樹脂、さらに潤滑剤との混合物を、加熱かつ加圧成形しながら磁

性粉末間に介在する樹脂を軟化熔融させて高結晶性フェライト磁性粉末とガラス粉末とを樹脂で結着して成形品を作成した後、このガラス粉末の軟化温度以上でかつ上記高結晶性フェライト磁性粉末の焼成温度以下の温度範囲でこの成形品を加熱処理し、樹脂分と潤滑剤分を熱分解により揮発させ高結晶性フェライト磁性粉末をガラス材で結着してなるフェライト磁性体の製造方法。

(3) 高温焼成で十分にフェライト化が進んだ高結晶性フェライト磁性粉末とこの焼成温度より低い軟化点をもつガラス粉末とさらに融点が常温以上であり、かつガラス粉末の軟化点以下である潤滑剤との混合物を、加熱かつ加圧成形しながら磁性粉末間に介在する潤滑剤を熔融させ、その後再び融点以下の温度に冷却し固形化させることにより、高結晶性フェライト磁性粉末とガラス粉末とを結着して成形品を作成した後、このガラス粉末の軟化温度以上でかつ上記高結晶性フェライト磁性粉末の焼成温度以下の温度

範囲でこの成形品を加熱処理し、潤滑剤分を熱分解により揮発させ高結晶性フェライト磁性粉末をガラス材で結着してなるフェライト磁性体^の製造方法。

- (4) 高結晶性フェライト磁性粉末に対する樹脂の材料比率が0.5～30wt%である請求項(1)記載のフェライト磁性体の製造方法。
- (5) 高結晶性フェライト磁性粉末に対する樹脂と潤滑剤との混合物の材料比率が0.5～30wt%である請求項(2)記載のフェライト磁性体の製造方法。
- (6) 高結晶性フェライト磁性粉末に対する潤滑剤の材料比率が0.5～30wt%である請求項(3)記載のフェライト磁性体の製造方法。
- (7) 高結晶性フェライト磁性粉末に対するガラスの材料比率が0.1～30wt%である請求項(1)、(2)、(3)のいずれかに記載のフェライト磁性体の製造方法。
- (8) 高結晶性フェライト磁性粉末とガラス粉末の混合成形品の加熱処理温度を800℃以上で高

の磁気特性、機械的強度を有した多結晶質のフェライト焼結体を得るか、あるいは上記フェライト仮焼粉砕粉末を樹脂と混練し、所望の形状にトランスファー成形、射出成形、圧縮成形した後、脱バインダー熱処理工程を経て同じく仮焼成温度より高温で本焼成を行って同様のフェライト磁性体を得るという2つの方法がある。

この多結晶質のフェライト焼結体の微細構造の模式図を第2図に示す。第2図において、5は結晶粒、6は粒界、7は粒界ポア、8は結晶粒5のポアである。

上記工程中の仮焼温度は所定配合比率の出発原料が固相反応を始める700～1000℃の間に設定され、焼結を十分にさせる本焼成温度は仮焼粉の材料および組成さらには粒径、形状によって異なるが通常は1000～1400℃という高温である。この時の焼成雰囲気は求められる材料、組成によって、酸性雰囲気か非酸性雰囲気が選ばれる。

このフェライト焼結法の欠点は、上記仮焼粉の

結晶性フェライト磁性粉末の焼成温度以下とした請求項(1)、(2)、(3)のいずれかに記載のフェライト磁性体の製造方法。

3、発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は高結晶性フェライト磁性粉末をガラス材で結着固化してなる超低収縮率のフェライト磁性体の製造方法に関するものであり、この種のフェライトは有用な電子部品材料として利用される。

従来の技術

従来のフェライト磁性材料には焼結体フェライトがあり、この焼結体フェライトを作成する方法としては、まず所望の組成で原料を配合・混合した後、適当な条件で仮焼成する。次にこの仮焼品を粉砕し、この粉砕粉末に適量のポリビニルアルコール(PVA)水溶液などのバインダーを加え造粒した後、この造粒粉を金型で成形する。こうして得られた成形品を適切な雰囲気中で前記の仮焼成温度より高温で本焼成することによって所望

成形品を本焼成工程で焼結させると必ず寸法変化が生じるということである。つまり本焼成工程を終えると通常10～20%、大きい時にはそれ以上も収縮し、焼結品の寸法精度ならびに歩留りを悪くする。従って、切削、研磨等の機械加工が必要となってくる。

上述した焼結過程での収縮は次のような原因で起こる。すなわち、仮焼粉を単に加圧した成形品は通常粒径が2～5μm程度もしくはそれ以下の粉末を使用するために成形密度が低く、つまり粉末どうしが接触しているもののまだ空隙が多く、700～1000℃以上の温度で加熱すると仮焼粉間の接触部分で粒子を構成する原子の相互拡散が生じて焼結現象が始まる。その結果、焼結の進行度合とともに仮焼粉間の空隙が減少していき、大きい時には20%も越えて収縮するのである。

さらにまた、焼結をきっちりと均一にかつ成形体に熱衝撃を受けないようにするには本焼成時の昇温、降温を比較的緩慢にすることが重要になってくる。この結果、本焼成工程は普通少なくとも

半日以上長い場合で2日になることもある。

フェライト焼結法の欠点を改良する研究はこれまでも数多くなされてきた。そのうち焼結体の収縮問題に関しては収縮率を極力下げる方法や収縮率を一定に制御する方法が種々検討されてきたが、いずれもフェライトの性能、特性を確保しようとするれば、ある程度の収縮が避けられないのが実状である。

たとえば、特開昭58-135133号公報、特開昭58-135606号公報に記載されているように、フェライト仮焼粉とガラス粉末とを混合した後に、フェライトの緻密化（焼結化）の進行する温度で焼成すると、この時添加しているガラス粉末がフェライト粒子の周囲を覆うことでフェライトの緻密化を一部抑えて低収縮率の焼結体を得ることができるというものである。

しかし、この場合でも仮焼粉作成温度が後の成形体の本焼成温度よりいずれも低いために、本焼成時には未だ直接接合している仮焼粉間の相互拡散が生じるので成形体の収縮現象は避け難く実際

を、加熱かつ加圧成形しながら磁性粉末間に介在する樹脂、または樹脂と潤滑剤との混合物を軟化溶解させて高結晶性フェライト磁性粉末とガラス粉末とを樹脂で結着し成形品を作成する。もしくは、高温焼成で十分にフェライト化が進んだ高結晶性フェライト磁性粉末とこの焼成温度より低い軟化点をもつガラス粉末とさらに融点が常温以上である潤滑剤との混合物を、加熱かつ加圧成形しながら磁性粉末間に介在する潤滑剤を軟化溶解させて、再び融点以下の温度に冷却して固形化することにより高結晶性フェライト磁性粉末とガラス粉末とを結着し成形品を作成し、その後、上記それぞれの成形品をこのガラス粉末の軟化温度以上でかつ上記高結晶性フェライト磁性粉末の焼成温度以下の温度範囲でこの成形品を加熱処理し、樹脂分または潤滑剤分を熱分解により揮発させ高結晶性フェライト磁性粉末をガラス材で結着した構成としたフェライト磁性体を得る方法である。

作用

本発明のフェライト磁性体の製造方法は、まず

にはまだ数%の収縮が起きていた。

発明が解決しようとする課題

以上述べてきたように、従来のフェライト焼結体では、所望の性能を得ようとして焼結を進めれば進めるほど収縮は大きくなり、逆に収縮を抑えれば性能が確保できなくて両立し難い。しかし、フェライト焼結体は電子部品、デバイス材料として多用され、その性能および高寸法精度が益々重要視されている。

本発明の目的は上述した従来技術の欠点を解消し、成形寸法からほとんど収縮しないでかつ磁気特性にも優れたガラス結着型で超低収縮率のフェライト磁性体を安価に製造できる方法を提供するものである。

課題を解決するための手段

上記課題を解決するための本発明のフェライト磁性体の製造方法は、高温焼成で十分にフェライト化が進んだ高結晶性フェライト磁性粉末とこの焼成温度より低い軟化点をもつガラス粉末とさらに樹脂単独かあるいは樹脂と潤滑剤との混合物

成形時に混合された樹脂または潤滑剤、もしくは樹脂と潤滑剤との混合物が加熱状態で液状に溶解し、フェライト磁性粉末間に介在することでフェライト磁性粉末間のすべりを良くし成形性を大幅に向上させることで均一な高密度の成形品を得ることができる。

また、使用するフェライト磁性粉末自体を高温焼成により既に完全に近いところまで結晶化を進めているので、後の成形品の加熱処理では、高結晶性フェライト磁性粉末間の焼結がほとんど起こらず、高結晶性フェライト磁性粉末間に混在するガラス粉末を単に溶解して高結晶性フェライト磁性粉末を結着させるだけである。その結果、成形体中の空隙率が加熱処理前後であまり変化しないから、金型成形寸法に近い高寸法でかつ磁気特性にも優れた新規なフェライト磁性体を得られる。

さらに成形品の加熱処理は焼結性を期待するものではなく、上述のようにガラス粉末が溶解して高結晶性フェライト磁性粉末間に流れ結着効果ができればよいので基本的には従来法の本焼成時間よ

りかなり短時間ですむ。そのために設備費や電気代が安くつき、製造方法も簡便であるので安価に製造できる。

また、軟質フェライトではそれ自身の渦電流損失を極力減らす必要から高抵抗化が望まれるが、本発明によれば比較的電気抵抗の低い $Mn-Zn$ 系フェライトであっても熔融固化したガラス成分が高結晶性フェライト磁性粉末を電氣的に絶縁するので抵抗値が上がり高周波特性を良くするという利点も得られる。

実施例

以下本発明の実施例について説明する。

本発明のフェライト磁性体は第1図に示すように高結晶性フェライト磁性粉末1をこの高結晶性フェライト磁性粉末1の焼成温度以下で軟化熔融するガラス材2で結着した構成とするものである。

具体的には、高結晶性フェライト磁性粉末1とガラス粉末と樹脂または樹脂と潤滑剤、もしくは潤滑剤とをよく混練し、この混合物を加熱しながら

ら加圧成形した後、この成形品を加熱処理し樹脂分と潤滑剤分を熱分解により揮発させ、さらに高結晶性フェライト磁性粉末1間に混在する上記ガラス粉末を軟化熔融させることにより、高結晶性フェライト磁性粉末1をガラス材2で単に結着し固化したフェライト磁性体をいう。なお、図中3は空隙、4は高結晶性フェライト磁性粉末1中のポアを示す。

ここで使用する高結晶性フェライト磁性粉末1は高温焼成によって十分にフェライト反応化したものであって、通常は1000℃以上で焼成したものが好ましい。

軟質フェライト磁性体を得たい場合は、高結晶性フェライト磁性粉末1の抗磁力 H_c が小さい程良いので、磁性粒子のサイズは大きい程好ましいが、一方、高結晶性フェライト磁性粉末1の充填密度が下がるので実際には100~200 μm 径までが適している。さらに磁性体の充填密度(成形密度)を上げるために、できるだけ空隙3を減らす目的で粒径が小さい微粉末を組み合わせで用

いることもできる。

次にフェライト磁性粉末の成形品を作成する場合、高結晶性フェライト磁性粉末1を結着する樹脂の加熱温度は樹脂が十分に熔融し、高結晶性フェライト磁性粉末1間の空隙に素早く浸透する温度が最適である。また、結着剤として融点が常温以上である潤滑剤を使用する場合も同様に潤滑剤が十分に熔融し、高結晶性フェライト磁性粉末1間の空隙に素早く浸透する温度が最適である。

また、高結晶性フェライト磁性粉末1を結着するガラス粉末の軟化温度は高結晶性フェライト磁性粉末1の焼成温度以下であれば良いが、本発明によるフェライト磁性体の応用を考えると耐熱性の観点から下限は300℃以上であることが望ましい。

高結晶性フェライト磁性粉末1に加える樹脂の量は0.5~30wt%が良く、0.5%より少ないと高結晶性フェライト磁性粉末1の結着効果が小さく機械的強度が確保できず、また均一な成形品が得られない。一方、30%より多い樹脂量で

は、成形品の強度は十分に強くなるが非磁性量が増すために加熱処理時に収縮し、またフェライト磁性体としての磁気特性も著しく悪化して好ましくない。樹脂の種類としては、ポリオレフィン樹脂、ポリスチレン樹脂、含ハロゲン樹脂、アクリル樹脂、ポリビニルエーテル、含窒素系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、シリコン樹脂、PPO系樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、アミノ樹脂、アセタール樹脂、エポキシ樹脂、ベントン樹脂、熱可塑性ポリウレタン、ウレタンフォームなども使用可能である。

また、高結晶性フェライト磁性粉末1に樹脂と共に潤滑剤を加える場合、潤滑剤は高結晶性フェライト磁性粉末1の表面を活性化し、高結晶性フェライト磁性粉末1の樹脂に対する濡れ性を向上させるという特徴をもつため、潤滑剤の添加量は潤滑剤の高結晶性フェライト磁性粉末1に対する吸着量に応じた量を添加することが望ましい。また、潤滑剤は樹脂中に混在することにより、樹

脂の粘度を低下させるという特徴を合わせもつため、その分を加味して添加量を制御する必要がある。樹脂と共に添加する潤滑剤は高級脂肪酸の使用が可能である。

次に、高結晶性フェライト磁性粉末1に潤滑剤を単独に加える場合、潤滑剤は加熱、かつ加圧成形時に熔融し高結晶性フェライト磁性粉末1とガラス粉末とのすべりをよくすると共に融点以下の温度に冷却したときに固形化し高結晶性フェライト磁性粉末1とガラス粉末を結着させる効果を合わせもつため、その融点は、常温以上であり、かつガラス粉末の融点以下であることが望ましい。また添加量は樹脂単独添加の場合と同様な理由で0.5~30wt%ぐらいが望ましい。

高結晶性フェライト磁性粉末1に加えるガラス粉末の量は0.1~30wt%が良く、0.1%より少ないと高結晶性フェライト磁性粉末1の結着効果が小さく機械的強度が確保できない。一方、30%より多いガラス量では、結着力は十分に強くなるが非磁性量が増すためにフェライト磁性体

としての磁気特性が著しく悪化して好ましくない。

高結晶性フェライト磁性粉末1とガラス粉末の混合成形体の加熱処理は、ガラスの熔融浸透を主な目的とするものであるから、熱処理の保持時間および昇降温度に要する時間を含めて3時間以下でも可能である。

熱処理温度は基本的にはガラスの軟化温度より上であれば良いが、高結晶性フェライト磁性粉末1の焼成温度に近くなるに従って特に800℃以上になるとガラス材2の結着効果が増し、低収縮性であるにもかかわらず磁気特性も優れるという好ましい結果が得られた。

また、本発明の磁性体を作成する時の雰囲気としては、磁性粉末1がフェライトのような磁性酸化物である場合は、酸化性、非酸化性雰囲気のいずれでも行える。

以下、具体的な実施例について説明する。

(実施例1~8)

Fe₂O₃ 47.5mol%, NiO 14.5mol%, ZnO 34.5mol%, CuO 3.5mol%

%よりなる出発混合造粒粉を1310℃で6時間焼成したものを粉碎し、粒径が50~100μmのNi-Zn-Cu系軟質フェライト本焼成粉を準備した。この粉末をX線解析した結果、軟質フェライト特有の鋭いスピネル構造回折線が得られ結晶性の非常に高い磁性粉であることを確認した。

上記高結晶性フェライト磁性粉末1に対して軟化点(Td)370℃、平均粒径1μmの無アルカリホウケイ酸鉛系ガラス粉末を3wt%加え、さらに熱硬化性のエポキシ樹脂を各々0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0wt%ずつ加えて混合した後、温度170℃で200kg/cm²の圧力で内径7mmφ、外形12mmφ、厚さ3mmの樹脂含有率が各々異なるリング状成形品を作成した。

この各成形品を電気炉内に個々に設置し、1200℃で60分間空気中で加熱処理しガラス結着型のリング状フェライトコアを得た。

上記実施例1~8の試料の材料特性を第1表に示した。

表 1

試料	ガラス量 (wt%)	樹脂量 (wt%)	磁性粉末 組成/焼成時間 1310℃/6H	成形体 組成/焼成時間 1200℃/1H	密度 (g/cm ³)	初透磁率 at 1Hz	飽和磁化強度 (G) at 10 Oe	磁気損失 (%)
実施例1	3.0	0.1	-	-	3.5	160	2750	0
実施例2	-	0.5	-	-	3.9	290	3010	0
実施例3	-	1.0	-	-	3.9	320	3050	0
実施例4	-	5.0	-	-	4.0	350	3100	0
実施例5	-	10.0	-	-	4.0	330	3090	0.1
実施例6	-	20.0	-	-	3.8	270	2950	1.0
実施例7	-	30.0	-	-	3.7	260	2880	5.0
実施例8	-	40.0	-	-	3.2	120	2500	12.0

(実施例9～16)

実施例1で用いた同一のフェライト本焼粉に対して熱硬化性のエポキシ樹脂粉末を5wt%加え、さらに軟化点(Td)370℃、平均粒径1 μ mの無アルカリホウケイ酸鉛系ガラス粉末を各々0.05、0.1、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0、40.0wt%ずつ加えて混合した後、温度170℃で200kg/cm²の圧力で内径7mm ϕ 、外形12mm ϕ 、厚さ3mmのガラス含有率が各々異なるリング状成形品を作成した。

この各成形品を電気炉内に個々に設置し、1200℃で60分空气中で加熱処理しガラス結着型のリング状フェライトコアを得た。

上記実施例9～16の試料の材料特性を第2表に示した。

(以下余白)

第2表

試料	ガラス量 (wt%)	樹脂量 (wt%)	樹脂粉末 加熱温度/加熱時間	成形体 加熱温度/加熱時間	密度 (g/cm ³)	加工率 at 100e	軟化点 (℃)	引張強度 (kg)
実施例9	0.05	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	3.8	150	2950	0
実施例10	0.10	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	3.9	230	3020	0
実施例11	1.00	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	3.9	310	3050	0
実施例12	3.00	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	4.0	350	3100	0
実施例13	5.00	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	4.0	330	3100	0
実施例14	10.00	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	4.0	270	3020	0.1
実施例15	30.00	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	4.0	220	3010	4.0
実施例16	40.00	5.0	1310℃/6H	1200℃/1H	4.1	150	2930	12.0
								20以上

(実施例17～21)

実施例1で用いた同一のフェライト本焼粉に対して熱硬化性のエポキシ樹脂粉末を5wt%加え、さらに軟化点(Td)370℃、平均粒径1 μ mの無アルカリホウケイ酸鉛系ガラス粉末を3wt%加えて混合した後、温度170℃で200kg/cm²の圧力で内径7mm ϕ 、外形12mm ϕ 、厚さ3mmのリング状成形品を5個作成した。

この各成形品を1個ずつ電気炉内に設置し、1300℃、1000℃、800℃、600℃、450℃の温度で60分空气中でそれぞれ加熱処理し、ガラス結着型のリング状フェライトコアを得た。

上記実施例17～21の試料の材料特性を第3表に示した。

(以下余白)

第 3 表

試 料	ガラス量 (wt%)	樹脂量 (wt%)	磁性粉末		成 形 体 熱処理温度/熱処理時間	密 度 (g/cm ³)	初透磁率		飽和磁束密度 (G) at 10 Oe	収 縮 率 (%)	引張強度 (kg)
			焼成温度/焼成時間	焼成温度/焼成時間			at 1MHz	(G) at 10 Oe			
実施例17	3.0	5.0	1310℃/6H	1300℃/1H	4.2	480	3190	5.0	20以上		
実施例18	"	"	"	1000℃/1H	4.0	140	3020	0	12		
実施例19	"	"	"	800℃/1H	3.9	80	2900	0	8		
実施例20	"	"	"	600℃/1H	3.9	30	2810	0	5		
実施例21	"	"	"	450℃/1H	3.9	20	2800	0	4		

(実施例 22 ~ 29)

実施例1で用いた同一のフェライト本焼粉に対して軟化点(Td)370℃、平均粒径1μmの無アルカリホウケイ酸鉛系ガラス粉末を3.0wt%加え、さらに熱硬化性のエポキシ樹脂粉末と潤滑剤としてステアリン酸粉末を10:1の割合で重量配合した混合物を各々0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0wt%ずつ加えて混合した後、温度170℃で200kg/cm²の圧力で内径7mmφ、外形12mmφ、厚さ3mmのガラス含有率が各々異なるリング状成形品を作成した。

この各成形品を電気炉内に個々に設置し、1200℃で60分空気で加熱処理しガラス結着型のリング状フェライトコアを得た。

上記実施例22~29の試料の材料特性を第4表に示した。

(以 下 余 白)

第 4 表

試 料	ガラス量 (wt%)	樹脂と鉛 11/重量 (wt%)	磁性粉末 焼成温度 焼成時間	成 形 体 熱処理温度 熱処理時間	密 度 (g/cm ³)	初透磁率 at 1MHz	飽和磁束密度 (G)	収 縮 率 (%)	引張強度 (kg)
			1310/6H	1200/1H					
実施例22	3.0	0.1	"	"	3.5	160	2750	0	20以上
実施例23	"	0.5	"	"	3.9	290	3020	0	"
実施例24	"	1.0	"	"	3.9	330	3060	0	"
実施例25	"	5.0	"	"	4.1	360	3120	0	"
実施例26	"	10.0	"	"	4.1	350	3110	0.1	"
実施例27	"	20.0	"	"	3.9	320	2900	0.8	"
実施例28	"	30.0	"	"	3.8	260	2860	5	"
実施例29	"	40.0	"	"	3.3	130	2520	12	"

(実施例30~37)

実施例1で用いた同一のフェライト本焼粉に対して軟化点(Td)370℃、平均粒径1 μ mの無アルカリホウケイ酸鉛系ガラス粉末を3.0wt%加え、さらに平均粒径150 μ mのステアリン酸粉末を各々0.1、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0wt%ずつ加えて混合した後、温度170℃で200kg/cm²の圧力で内径7mm ϕ 、外形12mm ϕ 、厚さ3mmのステアリン酸含有率が各々異なるリング状成形品を作成した。

この各成形品を電気炉内に個々に設置し、1200℃で60分空気で加熱処理しガラス結着型のリング状フェライトコアを得た。

上記実施例30~37の試料の材料特性を第5表に示した。

(以下余白)

第5表

試料	ガラス量 (wt%)	ステアリン酸 量 (wt%)	磁石粉末 焼成温度 焼成時間	成形体 焼成温度 焼成時間	密度 (g/cm ³)	初透磁率 at 1MHz	飽和磁束密度 (G)	収縮率 (%)	引張強度 (kg)
実施例30	3.0	0.1	1310/65	1200/15	3.5	160	2700	0	20以上
実施例31	3.0	0.5	1310/65	1200/15	3.7	300	3030	0	20以上
実施例32	3.0	1.0	1310/65	1200/15	3.8	330	3060	0	20以上
実施例33	3.0	5.0	1310/65	1200/15	4.2	370	3140	0	20以上
実施例34	3.0	10.0	1310/65	1200/15	4.2	360	3130	0.2	20以上
実施例35	3.0	20.0	1310/65	1200/15	3.9	320	3040	0.7	20以上
実施例36	3.0	30.0	1310/65	1200/15	3.8	250	2800	4	20以上
実施例37	3.0	40.0	1310/65	1200/15	3.4	130	2530	12	20以上

なお、上記実施例、比較例においては、初透磁率の測定は、JIS規格(C2561)に準じ、まず前述のリング状フェライトコアに絶縁テープを一層巻いた後、各々に線径0.26mm ϕ の絶縁銅線を全周にわたって一層巻いた試料を準備した。

次にこの自己インダクタンスをマクスウェルブリッジで測定磁界の強さが0.8(A/m)以下にて測定し、これより周波数1MHzでの初透磁率を算出した。

また、飽和磁束密度は、各リングコアをJIS規格(C2561)に準じ、自記磁束計法にて、10(Oe)の磁場での磁束密度を測定した。

さらに、収縮率は熱処理前のリング状成形品と熱処理後のリング状フェライトコアの外径寸法をそれぞれ測定し、熱処理前後による寸法収縮率を算出した。引っ張り強度の測定は、JIS規格(C2564)に準じ、リングコアに2本の細線をそれぞれ1回通し、うち1本を固定した後、残り1本を垂直方向に5mm/min以下の速度で

引っ張り、コアが破壊する瞬間の引っ張り荷重を測定して求めた。

なお、本発明の上記実施例では成形圧力が一般的な粉体成形で用いられる1000(kg/cm²)以上の圧力に比べ、200(kg/cm²)という低圧の場合でも高密度成形体を得られたが、さらにこれ以上の成形圧力を加えれば、成形体の密度は従来法よりもさらに向上するものである。

発明の効果

以上のように本発明によれば、ガラス結着型高密度低収縮率のフェライト磁性体は、寸法精度が良く、かつ磁気特性に優れた磁性材料となり、しかも粉体成形としては比較的圧力で高密度成形体を実現できることから、設備も簡単で済み、安価に製造できるということから、各種磁気応用製品に使われる有用な電子部品材料として優れた効果を奏しうるものである。

4、図面の簡単な説明

第1図は本発明によるフェライト磁性体の微細構造の模式図、第2図は従来の代表的な焼結型

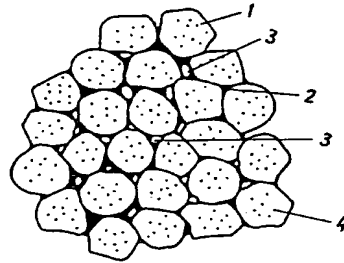
フェライト磁性体の微細構造の模式図である。

1 …… 高結晶性フェライト磁性粉末、2 …… ガラス材、3 …… 空隙、4 …… ポア。

代理人の氏名 井理士 栗野重孝 ほか1名

第 1 図

- 1 …… 高結晶性フェライト磁性粉末
- 2 …… ガラス材
- 3 …… 空隙
- 4 …… ポア



第 2 図

- 5 …… 結晶粒
- 6 …… 粒界
- 7 …… 粒界ポア
- 8 …… 結晶粒内ポア

